

XP-002302096

(C) WPI/Derwent

AN - 1984-054362 [25]
A - [001] 014 03- 041 046 052 343 402 420
- [002] 014 03- 041 046 052 343 402 420
AP - SU19813366173 19811211
CPY - GOIL-R
- TOLY-R
DC - A41 E17
DR - 0966-P
FS - CPI
IC - C07C7/13 ; C07C11/09
IN - ABRAMOV N V; BALASHOVA V V; DOROGOCHIN A Z
KS - 0229 0267 2192 2400
MC - A01-D13 E10-J02C3 E11-Q E31-P02
M3 - [01] H7 H721 M210 M214 M232 M320 M416 M610 M720 M903 M910 N163 N164
N512 Q110
- [02] A212 A313 A940 B114 B701 B712 B720 B831 C108 C802 C803 C804 C805
C807 M411 M781 M903 Q508
PA - (GOIL-R) GEOR OIL RES INST
- (TOLY-R) TOLYATINSK SINTEZKAUCHUK
PN - SU1011624 A 19830415 DW198409 003pp
PR - SU19813366173 19811211
XA - C1984-023204
XIC - C07C-007/13 ; C07C-011/09
AB - SU1011624 Use of MgA type zeolite as adsorbent in the sepn. of
carbonyl impurities from isobutylene simplifies the process and
increases its efficiency. The mixt. is fed through at the vol. rate of
600-800/hour for 4-5 hours and the process is carried out at 18-30
deg. The product finds use in the synthesis of butyl rubber. The
zeolite is regenerated by blowing air through at the rate of 25-35
l/hour, for 3-4 hours at 450-480 deg.
- Isobutylene contg. 0.00024 wt. % carbonyls was passed through a
zeolite regenerated 5 times, for 5 hours at 30 deg. and vol. rate of
600/hour. The treatment reduced the carbonyl content to 0.00001 wt. %.
Bul.14/15.4.83.
- (Dwg.0/0)
IW - CARBONYL IMPURE REMOVE ISOBUTYLENE ADSORB SPECIFIED ZEOLITE VAPOUR
MIXTURE FEED THROUGH ZEOLITE LAYER
IKW - CARBONYL IMPURE REMOVE ISOBUTYLENE ADSORB SPECIFIED ZEOLITE VAPOUR
MIXTURE FEED THROUGH ZEOLITE LAYER
INW - ABRAMOV N V; BALASHOVA V V; DOROGOCHIN A Z
NC - 001
OPD - 1981-12-11
ORD - 1983-04-15
PAW - (GOIL-R) GEOR OIL RES INST
- (TOLY-R) TOLYATINSK SINTEZKAUCHUK
TI - Carbonyl impurities removal from isobutylene - by adsorption on
specified zeolite, with vapour mixt. fed through zeolite layer

BEST AVAILABLE COPY



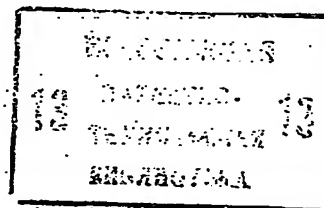
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

№ SU (11) 1011624 A

3(5) С 07 С 7/13; С 07 С 11/09

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3366173/23-04

(22) 11.12.81

(46) 15.04.83. Бюл. № 14

(72) А.З.Дорогочинский, Н.В.Абра-
мов, В.В.Балашова, И.М.Белгородский,
В.Л.Проскурнин, Е.М.Сире, В.Б.Ложки-
на и Э.И.Храпкова

(71) Грозненский ордена Трудового
Красного Знамени нефтяной институт
им. акад. М.Д.Миллионщикова и Тольят-
тинское ордена Трудового Красного
Знамени производственное объединение
"Синтезкаучук"

(53) 547.313.4(088.8)

(56) 1. Авторское свидетельство СССР
№ 175499, кл. С 07 С 7/08, 1965.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 695996, кл. С 07 С 7/12, 1979
(прототип).

(54) (57) СПОСОБ ОЧИСТКИ ИЗОБУТИЛЕНА
ОТ КАРБОНИЛЬНЫХ СОЕДИНЕНИЙ путем
адсорбции на твердом сорбенте при
18-30°C, отличающийся
тем, что, с целью увеличения произ-
водительности и упрощения процесса,
в качестве твердого сорбента исполь-
зуют цеолит типа MgA, и процесс прово-
дят с объемной скоростью подачи изо-
бутилена 600-800 ч⁻¹.

№ SU (11) 1011624 A

Изобретение относится к производству мономеров для синтетического каучука, в частности изобутилена, применяемого в производстве бутилкаучука.

В процесс катионной сополимеризации изобутилена с изопреном большое значение для повышения качества продуктов и производительности оборудования имеет стабильность мономера по составу и содержанию микропримесей, в частности карбонильных соединений.

Отрицательное влияние микропримесей карбонильных соединений заключается в том, что эти соединения при осуществлении полимеризации выступают в роли каталитических ядов. В результате снижается конверсия мономеров, возрастает расход дорогостоящего катализатора, снижается молекулярная масса продукта сополимеризации. Поэтому содержание карбонильных соединений в изобутилене, применяемом для синтеза бутилкаучука, не должно превышать $2,0 \cdot 10^{-4}$ мас. %.

Известен способ очистки олефиновых углеводородов от карбонильных соединений экстракцией водой [1].

Недостатком этого способа является необходимость последующей глубокой осушки мономера, что усложняет процесс. Кроме того, глубина очистки недостаточна.

Наиболее близким к изобретению является способ очистки изобутилена от карбонильных соединений путем адсорбции на твердом сорбенте - анионообменных смолах.

Процесс очистки изобутилена осуществляют с использованием, например, анионообменных смол следующих марок: АВ-17; АН-31 и АН-2ФН с функциональными группами $[N(CH_3)]^+OH^-$; $N=N$. Изобутилен, содержащий карбонильные соединения, подают на очистку со скоростью $200-300 \text{ ч}^{-1}$ в газовой фазе при $18-30^\circ\text{C}$ [2].

Недостатком известного способа является его сложность, связанная с необходимостью частой замены адсорбента-анионообменных смол, которые быстро теряют адсорбционные свойства.

Кроме того, процесс очистки имеет невысокую производительность, так как осуществляется при относительно невысоких объемных скоростях подачи

сырья ($200-300 \text{ ч}^{-1}$), обусловленными свойствами анионообменных смол.

Целью изобретения является повышение производительности процесса очистки изобутилена и его упрощение.

Поставленная цель достигается согласно способу очистки изобутилена от карбонильных соединений путем адсорбции на твердом сорбенте цеолите типа MgA при $18-30^\circ\text{C}$ с объемной скоростью подачи изобутилена $600-800 \text{ ч}^{-1}$.

Цеолит MgA сохраняет первоначальные адсорбционные свойства после многократных регенераций, что позволяет избежать частой замены отработанного адсорбента за счет его многократного использования. Кроме того, предлагаемый способ позволяет проводить процесс с большой скоростью, что значительно повышает его производительность по сравнению с известными.

Способ очистки изобутилена от карбонильных соединений с помощью цеолита типа MgA может быть использован для очистки высококонцентрированного изобутилена, получаемого в качестве побочного продукта на установках производства изопрена через диметилдиоксан, с целью улучшения его качества и дальнейшего его использования для синтеза бутилкаучука.

Пример. Изобутилен, содержащий $(0,1-3,9) \cdot 10^{-4}$ мас. % карбонильных соединений, подают на очистку в верхнюю часть адсорбера с внутренним диаметром 6 мм. В адсорбер предварительно загружают 50 см^3 воздушносухого цеолита MgA с высотой слоя $38,5 \text{ см}$.

Неочищенный изобутилен пропускают в газовой фазе через слой адсорбента со скоростью $600-800 \text{ ч}^{-1}$ при $18-30^\circ\text{C}$ в течение 4-5 ч.

Очищенный изобутилен, выходящий из нижней части адсорбера, анализируют на содержание карбонильных соединений.

По окончании цикла очистки образец адсорбента - цеолита MgA - регенерируют с целью выжига карбонильных соединений, для чего пропускают через него воздух со скоростью $25-35 \text{ л/ч}$ при $450-480^\circ\text{C}$ в течение 3-4 ч.

По окончании регенерации цеолит охлаждают до температуры очистки в

3 1011624

гоке сушеного и очищенного азо-
та,

На отрегенерированном цеолите
вновь повторяют цикл очистки следую-
щих порций неочищенного изобутилена.

4

Результаты опытов с разным коли-
чеством регенераций, разной степенью
загрязнения исходного изобутилена и
разными условиями технологических
параметров очистки сведены в таблицу.

Показатели	Опыт, №						
	1	2	3	4	5	6	7
Условия осуществления стадии очистки изобути- лена.							
Температура, °C	18	25	30	30	25	18	20
Объемная скорость подачи изобутилена (считая на газ), ч ⁻¹	700	600	600	600	600	800	800
Длительность опыта, ч	4,5	5,0	5,0	5,0	5,0	4,0	4,0
Содержание карбонильных соединений в изобутиле- не, мас. % 10 ⁴							
до очистки	1,9	3,5	3,9	2,4	2,5	1,8	0,1
после очистки	0,2	0,4	0,7	0,1	0,4	0,3	ост.
Количество окислитель- ных регенераций, которым подвергался цеолит	0	3	4	5	8	10	20
Условия осуществления регенерации							
Температура, °C	-	450	470	470	480	480	480
Скорость подачи возду- ха, л/ч	-	25	30	35	35	25	30
Длительность, час	-	4,0	4,0	3,5	3,5	4,0	3,0

С помощью цеолита MgA достигается
глубокая очистка изобутилена от кар-
бонильных соединений.

Кроме того, после ряда циклов
(очистка - регенерация) цеолит не

45 теряет способности адсорбировать
нежелательные примеси карбонильных
соединений, поэтому его можно много-
кратно использовать в процессе очист-
ки изобутилена от карбонильных сое-
динений.

50

ВНИИПИ Заказ 2679/29 Тираж 416 Подписное

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

BEST AVAILABLE COPY